

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-191833

(43)Date of publication of application : 12.07.1994

---

(51)Int.Cl. C01F 7/00  
C01F 7/02  
C01F 7/30  
// C04B 35/10

---

(21)Application number : 05-156062

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 01.06.1993

(72)Inventor : MORI MASAHIRO  
UCHIDA YOSHIO  
SAWABE YOSHINARI  
WATANABE TAKASHI

(30)Priority

Priority number : 04168385  
04314052Priority date : 02.06.1992  
28.10.1992

Priority country : JP

JP

(54) ALPHA-ALUMINA

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a fine and uniform  $\alpha$ -alumina containing no crystal seed in an inside and being made of  $\alpha$ -alumina single crystal particle having a specific polyhedron shape by sintering a transition alumina in an atmospheric gas containing gaseous hydrogen chloride.

CONSTITUTION: The transition alumina or an alumina raw material e.g. aluminum hydroxide to be the transition alumina by heat treating is sintered in the atmospheric gas containing  $\geq 1$  vol.% gaseous hydrogen chloride per total volume of the atmospheric gas. Thus, the uniform  $\alpha$ -alumina containing no crystal seed in the inside, having  $\geq 8$  faces polyhedron shape, being made of the  $\alpha$ -alumina single crystal particle having  $0.5-3D/H$  where the max. particle diameter parallel to the hexagonal lattice face of the  $\alpha$ -alumina having hexagonal closed packed lattice is  $D$  and the particle diameter vertical to the hexagonal lattice face is  $H$  and having  $0.1-5\mu\text{m}$  number average particle diameter is obtained. The  $\alpha$ -alumina is useful for a precision abrasive material, a raw material for high purity sintered compact or the like.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.03.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 20.05.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-191833

(43)公開日 平成6年(1994)7月12日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 F 7/00	Z	9040-4G		
7/02	G	9040-4G		
7/30		9040-4G		
// C 0 4 B 35/10	A	8924-4G		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 9 頁)

(21)出願番号 特願平5-156062

(22)出願日 平成5年(1993)6月1日

(31)優先権主張番号 特願平4-168385

(32)優先日 平4(1992)6月2日

(33)優先権主張国 日本(JP)

(31)優先権主張番号 特願平4-314052

(32)優先日 平4(1992)10月28日

(33)優先権主張国 日本(JP)

(71)出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72)発明者 毛利 正英

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式  
会社内

(72)発明者 内田 義男

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式  
会社内

(72)発明者 沢辺 佳成

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式  
会社内

(74)代理人 弁理士 久保山 隆 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】  $\alpha$ -アルミナ

(57)【要約】

【構成】均質で内部に結晶種を有さず、8面以上の多面体形状を有し、六方最密格子である $\alpha$ -アルミナの六方格子面に平行な最大粒子径をD、六方格子面に垂直な粒子径をHとしたとき、D/H比が0.5以上3.0以下である $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなり、数平均粒径が0.1 $\mu$ m以上5 $\mu$ m以下であり、粒度分布が狭いことを特徴とする粉末状の $\alpha$ -アルミナ。

【効果】球形に近い形状を有し、微細で構造的に均質な $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなる粒度分布の狭い粉末状の $\alpha$ -アルミナは、研磨材、焼結体用原料、プラズマ溶射材、充填材、単結晶用原料、触媒担体用原料、蛍光体用原料、封止材用原料、セラミックフィルター用原料等、特に精密研磨材、高純度焼結体用原料、セラミックフィルター用原料に適しており、工業的に極めて有用なものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】均質で内部に結晶種を有さず、8面以上の多面体形状を有し、六方最密格子である $\alpha$ -アルミナの六方格子面に平行な最大粒子径をD、六方格子面に垂直な粒子径をHとしたとき、 $D/H$ 比が0.5以上3.0以下である $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなり、数平均粒径が0.1 $\mu$ m以上5 $\mu$ m以下であることを特徴とする $\alpha$ -アルミナ。

【請求項2】累積粒度分布の微粒側から累積10%、累積90%の粒径をそれぞれD10、D90としたとき、 $D90/D10$ が10以下である粒度分布を有する請求項1記載の $\alpha$ -アルミナ。

【請求項3】数平均粒径が0.5 $\mu$ m以上3 $\mu$ m以下である請求項1または2記載の $\alpha$ -アルミナ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、 $\alpha$ -アルミナに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 $\alpha$ -アルミナ粉末は、研磨材、焼結体用原料、プラズマ溶射材、充填材等に広く用いられている。従来の一般的な製造方法により得られる $\alpha$ -アルミナ粉末は、形状が不均一な多結晶体で、凝集粒子を多く含み、粒度分布が広い、また用途によってはアルミナ純度が低い等の問題があった。これらの問題点を克服するために、特定の用途においては後述する特殊な製造方法による $\alpha$ -アルミナ粉末が用いられてきた。しかしながら、このような方法によっても $\alpha$ -アルミナの形状や粒径を任意に制御することはできず、これまで粒度分布の狭い $\alpha$ -アルミナ粉末を製造することは困難であった。

【0003】 $\alpha$ -アルミナ粉末の特殊な製造方法としては、水酸化アルミニウムの水熱処理による方法（以下、水熱処理法という）、水酸化アルミニウムにフラックスを添加して溶融して析出させる方法（以下、フラックス法という）および水酸化アルミニウムを鉱化剤の存在下で焼成する方法等が知られている。

【0004】まず、水熱処理法としては、特公昭57-22886号公報にはコランダムを種晶として添加し粒径を制御する方法が開示されているが、高温、高压下での合成であり、得られる $\alpha$ -アルミナ粉末が高価になるという問題があった。また、松井らの研究（ハイドロサーマル反応、2巻、71～78頁：水熱法によるアルミナ単結晶の育成）によれば、水熱育成法（水熱処理法）によりサファイア（ $\alpha$ -アルミナ）種晶上にクロムを含有するアルミナ単結晶を成長させて得られる $\alpha$ -アルミナ単結晶にはひびが存在している。その原因を明らかにするために結晶内部の均一性をしらべたところ、種晶と成長結晶の境界部分に大きな歪みが存在し、境界近くの成長結晶内で転移密度に対応すると考えられるエッチピット密度も大きいことが確認され、ひびはこのような歪

みや欠陥と関連があると予想されるとともに、水熱育成法の場合、結晶内にOH基や水が含有され易く、歪みや欠陥の原因になることが考えられるとしている。

【0005】次に、フラックス法は、 $\alpha$ -アルミナ粉末を研磨材、充填材等に用いる目的でその形状や粒径を制御する方法として提案されてきた。例えば、特開平3-131517号公報には、融点が800℃以下のフッ素系フラックスの存在下に水酸化アルミニウムを仮焼することにより、平均粒径が2～20 $\mu$ mであり、六方最密格子である $\alpha$ -アルミナの六方格子面に平行な最大粒子径をD、六方格子面に垂直な粒子径をHとしたとき、 $D/H$ 比が5～40の六角板状の $\alpha$ -アルミナ粒子を製造する方法が開示されている。しかし、この方法では、粒径が2 $\mu$ m以下の微細な $\alpha$ -アルミナ粉末ができず、また形状はすべて板状であり、得られた $\alpha$ -アルミナ粉末は、研磨材、充填材および単結晶用原料等の用途には必ずしも十分なものではなかった。

【0006】 $\alpha$ -アルミナ粉末の一般的でかつ最も安価な製造方法はバイヤー法である。バイヤー法においては、原料であるボーキサイトから $\alpha$ -アルミナ粉末を製造する中間段階で水酸化アルミニウムまたは遷移アルミナが得られる。ついで、水酸化アルミニウムまたは遷移アルミナを大気中で焼成することにより、 $\alpha$ -アルミナ粉末が製造されている。

【0007】バイヤー法の中間段階において工業的に安価に得られる水酸化アルミニウムまたは遷移アルミナは、通常、粒子径が10 $\mu$ mより大きな凝集粒子であり、これらの水酸化アルミニウムまたは遷移アルミナを大気中で焼成して得られる従来の $\alpha$ -アルミナ粉末は、凝集した粗粒を含む、形状が不定形の粉末であった。この凝集した粗粒を含む $\alpha$ -アルミナ粉末は、それぞれの用途に応じてボールミルや振動ミルを使用して解砕工程を経て製品とされるが、解砕は必ずしも容易ではなく、そのために解砕コストもかかり、また、解砕が困難な $\alpha$ -アルミナ粉末は長時間にわたる解砕のために微粉末の発生や異物の混入が生じ、特に研磨材としては不適当な $\alpha$ -アルミナ粉末となる欠点を有していた。

【0008】このような問題を解決するために幾つかの提案がなされてきた。例えば、 $\alpha$ -アルミナ粒子の形状を改良する方法として、特開昭59-97528号公報には、原料にバイヤー法による水酸化アルミニウムを用い、アンモニウムを含むホウ素およびホウ素系鉱化剤の存在下に仮焼することにより、平均粒径が1～10 $\mu$ mであり、前記した $D/H$ 比が1に近い $\alpha$ -アルミナ粉末を製造する方法が開示されている。しかし、この方法は鉱化剤として添加したホウ素あるいはフッ素含有物質が $\alpha$ -アルミナ中に残存するとともに、焼成時に凝集体を生成するという欠点を有する。

【0009】さらに、バイヤー法により得られるナトリウム含有水酸化アルミニウムを仮焼する際、効率よく脱

ナトリウムを行うと同時に、粒子径をコントロールする方法として、フッ化アルミニウム、氷晶石等のフッ化物および塩素、塩化水素等の塩素含有化合物の存在下で仮焼する方法が英国特許第990801号に、また、ホウ酸および塩化アンモニウム、塩酸または塩化アルミニウムの存在下に仮焼する方法が西ドイツ国特許第1767511号にそれぞれ開示されている。しかし、前者の方法はフッ化アルミニウム等の鹵化剤を固体で混合するかあるいは塩素およびフッ素ガスに水を添加することなく供給し焼成するため、生成したアルミナ粒子は形状が不均一であり、粉末の粒度分布が広い等の品質上の問題があった。また、後者の方法は鹵化剤として添加したホウ酸がホウ素含有物質として $\alpha$ -アルミナ中に残存する。さらに、これらの方法は脱ナトリウムが主目的であるため、ナトリウムが脱ナトリウム剤と反応して生成した $\text{NaCl}$ や $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 等のナトリウム塩を昇華しないしは分解させるために $1200^\circ\text{C}$ 以上の高温で焼成しなければならない等の不都合がある。

【0010】アルミナと塩化水素ガスの反応については、粒径 $2\sim 3\text{mm}$ に焼結された $\alpha$ -アルミナと塩化水素と、生成物の塩化アルミニウムとの反応平衡定数に関する研究がツァイトシュリフト・フューレ・アンオルガニッシェ・ウント・アルゲマイネ・ケミー (Zeitung für Anorg. und Allg. Chem.) 209頁、21巻(1932年)に報告されている。この報告では原料の置かれた場所とは別の場所に $\alpha$ -アルミナが生成しているが、六角板状のものしか得られていない。

【0011】特公昭43-8929号公報には、アルミナ水和物を塩化アンモニウムとともに仮焼することにより、不純物の少ない平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下のアルミナを製造する方法が開示されている。しかし、この方法で得られたアルミナ粉末は粒度分布が広いものであった。したがって、これまで $\alpha$ -アルミナの単結晶で微細でかつ凝集粒子でなく、特に精密研磨材、焼結体用原料、セラミックフィルター用原料等に最適な粉末は未だに得られていなかった。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明の目的は、上記した問題を解決して、微細で、均質な、凝集粒子でない $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなる粉末状の $\alpha$ -アルミナを提供することにある。特に、8面体以上の多面体の形状を有し、 $D/H$ が $0.5$ 以上 $3.0$ 以下で、粒度分布が狭く、アルミナ純度が高く、粒子内の組成が均一で、構造的にも歪みがなく均質な $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなる、数平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ 以上 $5\mu\text{m}$ 以下の粉末状の $\alpha$ -アルミナを提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明はつぎの発明からなる。

(1) 均質で内部に結晶種を有さず、8面以上の多面体形状を有し、六方最密格子である $\alpha$ -アルミナの六方格子面に平行な最大粒子径を $D$ 、六方格子面に垂直な粒子径を $H$ としたとき、 $D/H$ 比が $0.5$ 以上 $3.0$ 以下である $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなり、数平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ 以上 $5\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする $\alpha$ -アルミナ。

(2) 累積粒度分布の微粒側から累積 $10\%$ 、累積 $90\%$ の粒径をそれぞれ $D_{10}$ 、 $D_{90}$ としたとき、 $D_{90}/D_{10}$ が $10$ 以下である粒度分布を有する項(1)記載の $\alpha$ -アルミナ。

(3) 数平均粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下である項(1)または(2)記載の $\alpha$ -アルミナ。

【0014】以下に本発明について詳しく説明する。本発明の $\alpha$ -アルミナは、原料として遷移アルミナまたは熱処理により遷移アルミナとなるアルミナ原料を用いて製造される。遷移アルミナとは、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ として表される多形を有するアルミナのうち、 $\alpha$ 形以外の全てのアルミナを意味する。具体的には、 $\gamma$ -アルミナ、 $\delta$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ等を例示することができる。

【0015】熱処理により遷移アルミナとなるアルミナ原料とは、焼成工程において、遷移アルミナを経由して目的とする粉末状の $\alpha$ -アルミナを与える遷移アルミナの前駆体を意味する。具体的には、水酸化アルミニウム；硫バン（硫酸アルミニウム）；硫酸アルミニウムカリウムおよび硫酸アルミニウムアンモニウム等のいわゆる明バン類；アンモニウムアルミニウム炭酸塩の他、アルミナゲル、例えば、アルミニウムの水中放電法によるアルミナゲル等を挙げることができる。

【0016】遷移アルミナおよび熱処理により遷移アルミナとなるアルミナ原料の合成方法は特に限定されない。例えば、水酸化アルミニウムはパイヤー法、有機アルミニウム化合物の加水分解法あるいはコンデンサー等のエッチング廃液から得られるアルミニウム化合物を出発原料として合成する方法等により得ることができる。

【0017】遷移アルミナは、水酸化アルミニウムを熱処理する方法、硫酸アルミニウムの分解法、明バン分解法、塩化アルミニウムの気相分解法あるいはアンモニウムアルミニウム炭酸塩の分解法等により得られる。

【0018】上記の遷移アルミナまたは熱処理により遷移アルミナとなるアルミナ原料を、雰囲気ガスの全体積に対して塩化水素ガス1体積%以上、好ましくは5体積%以上、より好ましくは10体積%以上の雰囲気ガス中にて焼成する。雰囲気ガスである塩化水素ガスの希釈ガスとしては、窒素、水素あるいはアルゴン等の不活性ガスおよび空気を用いることができる。塩化水素ガスを含む雰囲気ガスの圧力は特に限定されず、工業的に用いられる範囲において任意に選ぶことができる。このような雰囲気ガス中で焼成することにより、後述するように比較的低い焼成温度で、目的とする粉末状の $\alpha$ -アルミ

ナを得ることができる。

【0019】塩化水素ガスの代わりに塩素ガスおよび水蒸気の混合ガスを用いることもできる。遷移アルミナまたは熱処理により遷移アルミナとなるアルミナ原料を塩素ガスおよび水蒸気を導入した雰囲気ガス中、雰囲気ガスの全体積に対して、塩素ガス1体積%以上、好ましくは5体積%以上、より好ましくは10体積%以上と水蒸気0.1体積%以上、好ましくは1体積%以上、より好ましくは5体積%以上とを導入して焼成する。導入する塩素ガスおよび水蒸気の希釈ガスとしては、窒素、水素あるいはアルゴン等の不活性ガスおよび空気を用いることができる。塩素ガスおよび水蒸気を含む雰囲気ガスの圧力は特に限定されず、工業的に用いられる範囲において任意に選ぶことができる。このような雰囲気ガス中で焼成することにより、後述するように比較的に低い焼成温度で、目的とする粉末状の $\alpha$ -アルミナを得ることができる。

【0020】焼成温度は600℃以上、好ましくは600℃以上1400℃以下、より好ましくは700℃以上1300℃以下、さらに好ましくは800℃以上1200℃以下である。この温度範囲に制御して焼成することにより、工業的に有利な生成速度で、生成する $\alpha$ -アルミナ粒子同士の凝集が起こりにくく、焼成直後でも粒度分布の狭い $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなる粉末状の $\alpha$ -アルミナを得ることができる。

【0021】適切な焼成の時間は雰囲気ガスの濃度や焼成の温度にも依存するので必ずしも限定されないが、好ましくは1分以上、より好ましくは10分以上である。アルミナ原料が $\alpha$ -アルミナに結晶成長するまで焼成すれば十分である。従来の方法の焼成時間に比べて短い時間で目的とする粉末状の $\alpha$ -アルミナを得ることができる。

【0022】雰囲気ガスの供給源や供給方法は特に限定されない。遷移アルミナ等の原料が存在する反応系に上記の雰囲気ガスを導入することができればよい。例えば、供給源としては通常はボンベガスを用いることができるが、塩酸溶液や塩化アンモニウム等の塩素化合物あるいは塩素含有高分子化合物等を塩素ガス等の原料として用いる場合には、それらの蒸気圧または分解により上記した所定のガス組成になるようにして用いることもできる。塩化アンモニウム等の分解ガスを用いる場合は、焼成炉内に固体物質が析出することによる操作の障害が生じることがあり、また、塩化水素ガス濃度が高いほど低温度、短時間の焼成、さらには高純度のアルミナを得ることが可能になるため、塩化水素あるいは塩素は、それらをボンベ等から直接に焼成炉内に供給する方が好ましい。ガスの供給方法としては連続方式または回分方式のいずれでも用いることができる。

【0023】焼成装置は必ずしも限定されず、いわゆる焼成炉を用いることができる。焼成炉は塩化水素ガス、

塩素ガス等に腐食されない材質で構成されていることが望ましく、さらには雰囲気ガスを調整できる機構を備えていることが望ましい。また、塩化水素ガスや塩素ガス等の酸性ガスを用いるので、焼成炉には気密性があることが好ましい。工業的には連続方式で焼成することが好ましく、例えば、トンネル炉、ロータリーキルンあるいはプッシャー炉等を用いることができる。製造工程の中で用いられる装置の材質としては、酸性の雰囲気中で反応が進行するので、アルミナ製、石英製、耐酸レンガあるいはグラファイト製のルツボやポート等を用いることが望ましい。

【0024】上記の製造方法により凝集粒子でない本発明の $\alpha$ -アルミナを得ることができる。原料あるいは製造条件によっては凝集粒子であったり、凝集粒子を含むことがあるが、その場合においても凝集は軽度なものであり、簡単な解砕を行うことにより、容易に本発明の $\alpha$ -アルミナを得ることができる。

【0025】本発明の数平均粒径が0.1  $\mu\text{m}$ 以上5  $\mu\text{m}$ 以下の粉末状の $\alpha$ -アルミナを得るためには、アルミナ原料としてアルミナ純度が99.5~99.9重量%程度のものを用いることが好ましい。具体的には、バイヤー法による水酸化アルミニウム粉末、それから得られる遷移アルミナ或いは明バン等を例示することができる。

【0026】

【実施例】次に本発明を実施例によりさらに詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0027】なお、本発明における各種の測定はつぎのようにして行った。

#### 1. $\alpha$ -アルミナの数平均粒径と粒度分布の測定

(1) (D90/D10)値は、レーザー散乱法を測定原理とするマスターサイザー（マルバーン社製）を用いて測定した。

(2)  $\alpha$ -アルミナのSEM（走査型電子顕微鏡、日本電子株式会社製：T-300）写真を写し、その写真から80ないし100個の粒子を選び出して画像解析を行い、円相当径の平均値とその分布を求めた。円相当径とは、面積が等しい真円の直径に換算した値をいう。

#### 【0028】2. $\alpha$ -アルミナの結晶形状(D/H)の測定

本発明において $\alpha$ -アルミナの形状とは、六方最密格子である $\alpha$ -アルミナの六方格子面に平行な最大粒子径をD、六方格子面に垂直な粒子径をHとしたときのD/H比をいう。(D/H)は、 $\alpha$ -アルミナ粉末のSEM（走査型電子顕微鏡、日本電子株式会社製：T-300）写真を写し、その写真から5ないし10個の粒子を選び出して画像解析を行い、その平均値として求めた。

#### 【0029】3. 結晶面の数および晶癖の評価

##### (1) 結晶面の数

$\alpha$ -アルミナのSEM（走査型電子顕微鏡、日本電子株式会社製：T-300）写真を写し、その写真の画像解析により求めた。

## (2) 晶癖の評価

また、本発明における $\alpha$ -アルミナの粒子の形状の評価として、結晶の晶癖を観察した。本発明により得られた $\alpha$ -アルミナ粒子の晶癖（AからIで表す）を図7に表した。 $\alpha$ -アルミナは六方晶であり、晶癖とはa面{1120}、c面{0001}、n面{2243}およびr面{1012}からなる結晶面の現れ方で特徴づけられる結晶の形態をいう。図7に結晶面a、c、nおよびrを記した。

## 【0030】4. アルミナ純度の測定

発光分析により不純物イオンの混入量を測定し、不純物を酸化物換算して求めた。塩素含有量は電位差滴定法により求めた。このようにして求めた不純物含有量（重量%）を100重量%から差し引いてアルミナ純度とした。

## 5. $\text{Na}_2\text{O}$ の測定

発光分析によりナトリウムイオンの混入量を測定し、酸化物換算して求めた。

【0031】実施例において使用した遷移アルミナ等の原料はつぎに示すとおりである。

### 1. 遷移アルミナA

アルミニウムイソプロポキシドの加水分解法により得た水酸化アルミニウムを焼成した遷移アルミナ（商品名：AKP-G15、住友化学工業（株）製、粒径：約4 $\mu\text{m}$ ）

### 2. 遷移アルミナC

水酸化アルミニウムCを空气中800℃で焼成して遷移アルミナとしたもの2次粒径：約30 $\mu\text{m}$

## 【0032】3. 水酸化アルミニウムB

バイヤー法による粉末（商品名：C301、住友化学工業（株）製、2次粒径：約2 $\mu\text{m}$ ）

### 4. 水酸化アルミニウムC

バイヤー法による粉末（商品名：C12、住友化学工業（株）製、2次粒径：約47 $\mu\text{m}$ ）

## 【0033】

### 5. 明バン $[\text{Al}(\text{NH}_4(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O})]$

熱処理により遷移アルミナとなるアルミナ原料。和光純薬（株）製の試薬を用いた。

【0034】塩化水素ガスは鶴見ソーダ（株）製のポンベ塩化水素ガス（純度99.9%）を用いた。塩素ガスは藤本産業（株）製のポンベ塩素ガス（純度99.4%）を用いた。水蒸気の体積%は水の温度による飽和水蒸気圧変化により制御し、窒素ガスにより炉内に導入した。

【0035】遷移アルミナまたは水酸化アルミニウム等

のアルミナ原料をアルミナボートに充填した。充填量は0.4g、充填深さは5mmとした。焼成は石英製炉芯管（直径27mm、長さ1000mm）を用いた管状炉（株式会社モトヤマ製、DSPSH-28）で行った。窒素ガスを流通させつつ、昇温速度500℃/時間にて昇温し、雰囲気導入温度になったとき雰囲気ガスを導入した。

【0036】雰囲気ガス濃度の調整は、流量計によりガス流量の調整により行った。雰囲気ガスの流量は、線流速を20～49mm/分に調整した。この方式をガスフロー方式と称することにする。雰囲気ガスの全圧はすべて大気圧であった。

【0037】所定の温度に到った後はその温度にて所定の時間保持した。これをそれぞれ保持温度（焼成温度）および保持時間（焼成時間）と称する。所定の保持時間の経過後、自然放冷して目的とする粉末状の $\alpha$ -アルミナを得た。水蒸気分圧は水の温度による飽和水蒸気圧変化により制御し、水蒸気は窒素ガスにより焼成炉へ導入した。

## 【0038】実施例1～6

アルミナ原料として水酸化アルミニウムおよび遷移アルミナ（ $\gamma$ -アルミナ）を用いて、雰囲気ガスとして塩化水素ガスをを用いた実施例である。焼成温度（保持温度）は1100℃または900℃であった。実施例2および4で得られた粉末状の $\alpha$ -アルミナのSEM写真をそれぞれ図4および図3に示した。実験条件および実験結果を表1および表2に記した。

## 【0039】実施例7

雰囲気ガスとして塩素ガスおよび水蒸気を用い、ガス流速を変えた他は実施例3と同様にして行った。実験条件および実験結果を表1および表2に記した。

## 【0040】実施例8

アルミナ原料として明バンを用いた他は実施例3と同様にして行った。実験条件および実験結果を表1および表2に記した。得られた粉末状の $\alpha$ -アルミナのSEM写真を図1に、粒度分布を図2に示した。

## 【0041】比較例1、2

従来の方法に従って水酸化アルミニウムCを空气中で焼成した。実験条件および実験結果を表1および表2に記した。比較例2で得られた粉末状の $\alpha$ -アルミナのSEM写真を図5に示した。

## 比較例3

遷移アルミナAを雰囲気ガス中の塩化水素濃度を0.5体積%と低くして焼成した。実験条件および実験結果を表1および表2に記した。得られた粉末状の $\alpha$ -アルミナのSEM写真を図6に示した。

## 【0042】

【表1】

	アルミナ原料		雰囲気ガス (体積%)					ガス流速 (mm/分)	雰囲気 導入温度 (°C)	保持温度 (°C)	保持時間 (分)
	種 類	粒径 ( $\mu\text{m}$ )	HCl	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>				
実施例 1	遷移アルミナC	30	100					35	700	1100	30
" 2	水酸化アルミナB	2	33			17	50	20	800	1100	30
" 3	" C	47	30			70		20	20	1100	30
" 4	" C	47	100					35	20	1100	180
" 5	" C	47	30			70		35	500	1100	30
" 6	" C	47	100					35	20	800	30
" 7	" C	47		35	5	60		48	20	1100	30
" 8	明ばん		30			70		20	20	1100	30
比較例 1	水酸化アルミナC	47	(空気で焼成)					—	—	1300	180
" 2	" C	47	(空気で焼成)					—	—	1100	180
" 3	遷移アルミナA	4	0.5			98.5		0	20	1100	600

【0043】

【表2】



	数平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	結晶の形状		結晶面の数	粒度分布 D90/D10	アルミナ 純度 (wt%)	Na <sub>2</sub> O (ppm)	備 考
		D/H	晶 癖					
実施例 1	4	1~2	C, A	14以上				
" 2	2	1~2		14以上	9	>98.95	54	
" 3	4	2		20以上	9			
" 4	4	1~2	F, H	8以上	7	99.95		
" 5	4	1~2	C	14以上				
" 6	4	1~2	C, I	8以上				
" 7	5	1~2	C, A	8以上		>98.90		
" 8	2	1	F, H	20以上	9			
比較例 1	0.3	(単結晶粒子は生成せず)						$\alpha$ 晶
" 2		(単結晶粒子は生成せず)						$\kappa$ 晶, $\theta$ 晶
" 3		(単結晶粒子は生成せず)						

【0044】上記のようにして得られた微細で凝集粒子でなく、アルミナ純度が高く、構造的にも均質であり、粒度分布の狭い $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなる $\alpha$ -アルミナは、研磨材、焼結体用原料、プラズマ溶射材、充填材、単結晶用原料、触媒担体用原料、蛍光体用原料、封止材用原料、セラミックフィルター用原料等、特に精密研磨材、焼結体用原料、セラミックフィルター用原料に適しており、工業的に極めて有用なものである。

#### 【0045】

【発明の効果】本発明の $\alpha$ -アルミナは、様々な種類、形状、粒子サイズおよび組成のアルミナ原料から得られるものであり、内部に結晶種を有さず、高純度の、微細で均質な、粒度分布が狭く、かつ凝集粒子でない8面体以上の多面体形状を有する $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子からなるものである。具体的に言えば、本発明の $\alpha$ -アルミナ単結晶粉末を構成する粒子は、その数平均粒径が0.

1 $\mu\text{m}$ 以上5 $\mu\text{m}$ 以下で、D/H比が0.5以上3.0以下で、粒度分布が累積粒度分布の微粒側から累積10%、累積90%の粒径をそれぞれD10、D90としたときのD90/D10比が10以下、好ましくは9以下、特に好ましくは7以下と狭いという優れた特徴を有している。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例8で観察された $\alpha$ -アルミナの粒子構造を示す。図面に代わる写真。倍率4900倍の走査型電子顕微鏡写真。

【図2】実施例8で得られた $\alpha$ -アルミナの粒度分布を示す。

【図3】実施例4で観察された $\alpha$ -アルミナの粒子構造を示す。図面に代わる写真。倍率1900倍の走査型電子顕微鏡写真。

【図4】実施例2で観察された $\alpha$ -アルミナの粒子構造

を示す。図面に代わる写真。倍率1900倍の走査型電子顕微鏡写真。

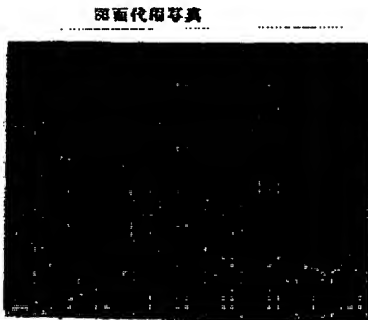
【図5】比較例2で観察された $\alpha$ -アルミナの粒子構造を示す。図面に代わる写真。倍率1900倍の走査型電子顕微鏡写真。

【図1】



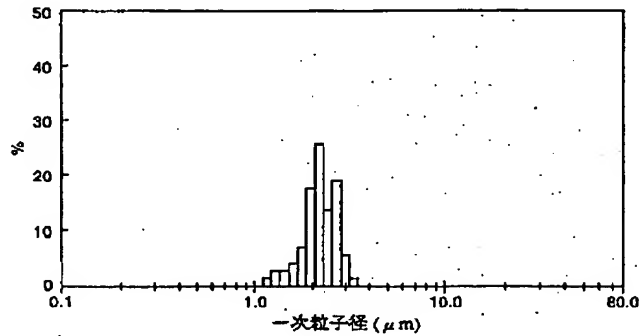
写真

【図3】

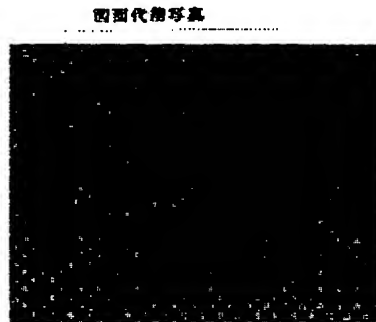


写真

【図2】



【図4】



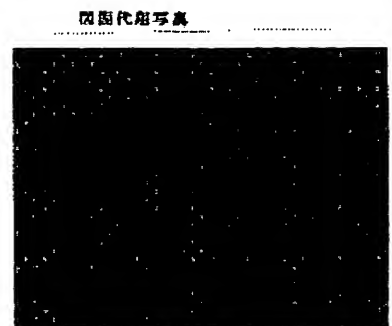
写真

【図5】



写真

【図6】

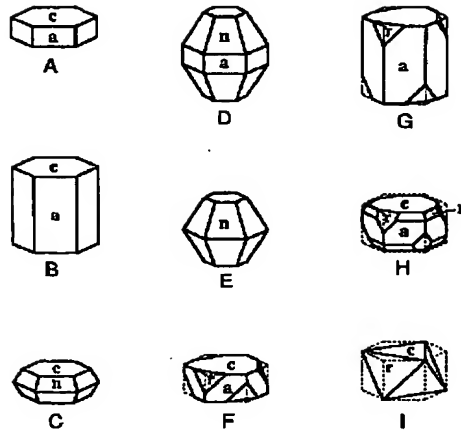


写真

【図6】比較例3で観察された $\alpha$ -アルミナの粒子構造を示す。図面に代わる写真。倍率930倍の走査型電子顕微鏡写真。

【図7】 $\alpha$ -アルミナ単結晶粒子の晶癖を示す。

【図7】



フロントページの続き

(72)発明者 渡辺 尚

茨城県つくば市北原6 住友化学工業株式  
会社内